

20 SEP 1999



INTERCALATION IN SOME CLAY MINERALS

SUPARA TOKUNALAI

With compliments
of

ศาสตราจารย์ ดร. มณีรัตน์

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
(APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)
FACULTY OF GRADUATE STUDIES
MAHIDOL UNIVERSITY

1999

ISBN 974-662-408-3

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

042944
1999

042944 e.1



3936636 SCAI/M: MAJOR: APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY

M.Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORDS: CLAY MINERALS/INTERCALATION/POLY(ETHYLENE GLYCOL)

X-RAY POWDER DIFFRACTION/INFRARED SPECTROSCOPY

SUPARA TOKUNALAI: INTERCALATION IN SOME CLAY MINERALS.

THESIS ADVISORS: NOPADOL CHAIKUM Ph.D., LADDAWAN PDUNGSAP Ph.D.,

PRAPIN WILAIRAT Ph.D., 135 p. ISBN 974-662-408-3

Intercalation of organic and inorganic materials into halloysite, obtained from Te Puke and Kauri mountain in New Zealand and a kaolinite from Thailand, has been investigated by FTIR spectroscopy and X-ray diffraction techniques. In this study, the intercalated complexes were prepared by soaking the clays in each liquid guest material at room temperature.

Potassium acetate could be directly intercalated into both dehydrated halloysite and kaolinite whereas ethylene glycol were intercalated only by displacing potassium acetate from the clay-potassium acetate intercalates. By contrast poly(ethylene glycol) of molecular weights 200, 300, 400 and 600 could penetrate only into the interlamellar space of hydrated halloysite. Moreover, potassium acetate and ethylene glycol molecules were partially released from the interlayer space upon heating at 50°C overnight. When intercalation occurs the FTIR spectrum is modified by perturbation of the structural hydroxyl vibration mode and by formation of hydrogen bonds between the intercalated material and the internal surface of the clay.

X-ray diffraction studies showed that oxyethylene unit of poly(ethylene glycol) was intercalated as a monomolecular layer arrangement, such that the interlayer expansion were 2.92-3.98 Å. The keying of oxygen atom into hexagonal hole in the tetrahedral sheet of halloysite is postulated. Elemental analyses have led to an estimated formula of $\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8(-\text{OCH}_2\text{CH}_2-)_2$ for Te Puke-PEG300 complex.

In this study, halloysites of different morphologies exhibited similar behavior towards intercalation.

3936636 SCAI/M

: สาขาวิชา: เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์;

วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์)

สุภรา โตคุณาลัย : การแทรกชั้นในแร่ดินเหนียวบางชนิด (INTERCALATION IN SOME CLAY MINERALS) คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์: นภคณ ไชยคำ Ph.D., ลัดดาวัลย์ ผดุงทรัพย์ Ph.D., ประพิณ วิไลรัตน์ Ph.D. 135 หน้า. ISBN 974-662-408-3

ศึกษาการแทรกชั้นของสารอนินทรีย์และสารอนินทรีย์บางชนิดในแร่ดินเหนียวฮาลลอยไซต์จากภูเขาตพูกีและภูเขาคาอูรีประเทศนิวซีแลนด์และแร่ดินเหนียวเคโอลิไนต์ด้วยวิธีอินฟราเรดสเปกโทรสโคปีและเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ การเตรียมสารแทรกชั้นทำได้โดยแช่ดินเหนียวในสารที่ต้องการให้แทรกชั้นที่อุณหภูมิห้อง

โพแทสเซียมแอสซีเตดสามารถเข้าแทรกชั้นในแร่ดินเหนียวฮาลลอยไซต์ที่ผ่านการอบที่ 100°C และแร่ดินเหนียวเคโอลิไนต์ได้ ส่วนเอทิลีนไกลคอลจะเข้าแทรกชั้นได้โดยอาศัยการแทนที่โพแทสเซียมแอสซีเตดในดินเหนียวที่มีโพแทสเซียมแอสซีเตดแทรกชั้นอยู่แล้ว ในทางตรงข้ามโพลิเอทิลีนไกลคอลสามารถเข้าแทรกชั้นได้เฉพาะแร่ดินเหนียวฮาลลอยไซต์ที่มีน้ำระหว่างชั้น โพแทสเซียมแอสซีเตดและเอทิลีนไกลคอลบางส่วนที่แทรกชั้นอยู่จะหลุดออกจากชั้นดินเหนียวเมื่อนำไปอบที่ 50°C ข้ามคืน เมื่อดินเหนียวถูกแทรกชั้นการสั่นของหมู่ไฮดรอกซิลในโครงสร้างดินเหนียวจะเปลี่ยนไปและเกิดพันธะไฮโดรเจนขึ้นระหว่างพื้นผิวด้านในของชั้นดินเหนียวกับสารแทรกชั้น

จากการศึกษาด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่าโพลิเอทิลีนไกลคอลที่แทรกตัวอยู่ในชั้นดินเหนียวจะจัดตัวแบบราบชั้นเดียว ซึ่งออกซิเจนอะตอมในโพลิเอทิลีนไกลคอลจะเข้าไปอยู่ในโพรงรูปหกเหลี่ยมของโครงสร้างดินเหนียว จากการคำนวณพบว่าสูตรทางเคมีของสารแทรกชั้นโพลิเอทิลีนไกลคอล(น้ำหนักโมเลกุลประมาณ 300) ในฮาลลอยไซต์จากตพูกีควรจะเป็น $\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8(-\text{OCH}_2\text{CH}_2-)_2$